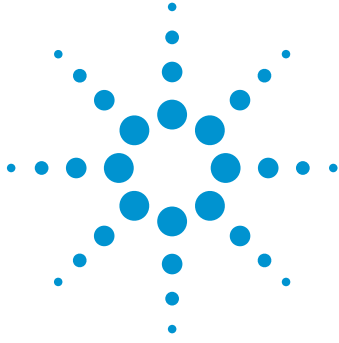




OpenLAB CDS를 이용한 보다 효율적인 데이터 검토

기술 자료

서론

분리 성능이 크게 개선되면서 크로마토그래피 실행 시간이 대폭적으로 단축되었습니다. 초고성능 액체 크로마토그래피(UHPLC), sub-2-micron 입자 크기 LC 컬럼 및 듀얼 컬럼 가스 크로마토그래피(GC) 시스템을 사용하면 더 많은 양의 크로마토그래피 데이터를 수집할 수 있습니다. 그 결과, 현재 실험실에서는 때로 수천 개의 피크가 포함된 대규모의 크로마토그래피 데이터 세트를 처리하고 검토합니다. 데이터 검토를 위해서는 일반적으로 크로마토그램, 피크 적분 베이스라인, 검량선 및 계산된 결과를 수동으로 해석하여 지정된 파라미터 내에 들어오는지 확인하는 과정이 필요합니다. 또한 생산에 부정적인 영향을 미치는 모든 이벤트나 이상 현상이 있을 때도 신속하게 문제를 해결하기 위해 이러한 데이터를 즉시 조사해야 합니다. 이러한 여러 가지 요구들 때문에 훨씬 더 효율적인 데이터 검토와 시각화가 필요합니다.

OpenLAB CDS 데이터 분석 기능인 Peak Explorer는 대규모 데이터 세트를 탐색하고 시각화하여 트렌드, 누락 또는 추가 피크, 머무름 시간 변화, 적분 문제, 이상치 및 아티팩트를 찾는 새로운 방법을 제공하여 복잡한 시료의 데이터 검토 속도를 높입니다. 또한 Peak Explorer를 이용하면 분석법을 개발하는 중에 데이터를 신속하게 평가할 수 있습니다.



Agilent Technologies

시각화의 힘

올바른 방식으로 표시되었을 때 사람의 눈은 대규모 데이터 세트에서 이상 피크를 식별하는 데 탁월한 능력을 발휘합니다. Peak Explorer는 사람의 눈으로 보았을 때 최적의 효과를 나타낼 수 있는 방식으로 크로마토그래피 데이터를 제공합니다.

그림 1에서 볼 수 있듯이 Peak Explorer는 이상 피크를 쉽게 찾아낼 수 있도록 설계된 버블 차트(오른쪽)에 복잡한 크로마토그래피 데이터 세트(왼쪽)의 모든 피크를 표시합니다. X축은 머무름 시간이고 Y축은 로드된 데이터 세트의 주입 번호입니다. 표시되는 버블의 크기는 피크 크기와 관련하여 사용자가 선택한 특정 값을 나타냅니다. 선택할 수 있는 값에는 면적, 높이, 면적 비율, 높이 비율, 너비, 양 및 농도가 있습니다. 그림 2는 피크 면적 표시가 선택된 버블 차트를 보여줍니다.

Peak Explorer 데이터 표시는 사용자가 보려는 내용과 표시 방식을 선택할 수 있어 사용자 지정 수준이 뛰어납니다. 기본적으로, 소프트웨어는 표시된 모든 피크를 가장 작은 값에서 가장 큰 값까지 선형 보간하여 표시하지만 이 설정은 적용하거나 해제할 수 있습니다. 특정 버블을 클릭하면 분석자에게 특정 피크 또는 선택한 주입에 대한 상세 정보를 제공하는 툴팁이 표시됩니다(그림 2에 표시된 파란색 선). 식별된 피크는 주황색으로 표시되고 식별되지 않은 피크는 파란색으로 표시됩니다.

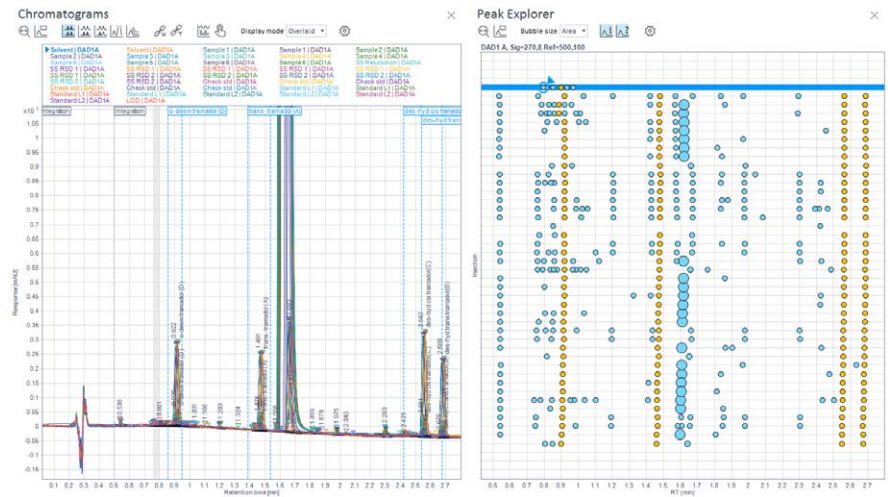


그림 1. Peak Explorer 보기(오른쪽)와 크로마토그램 보기(왼쪽) 비교.

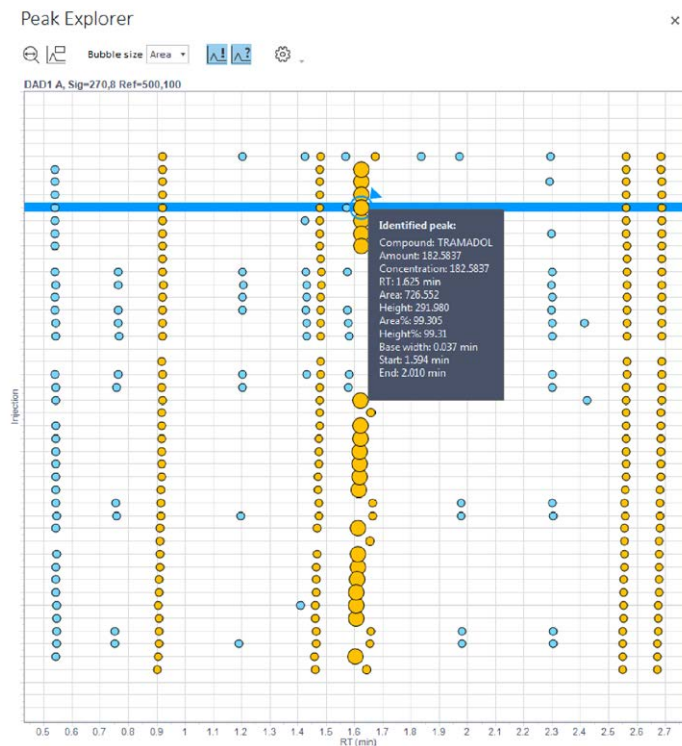


그림 2. Peak Explorer 데이터 표시 세부 정보. X축은 머무름 시간이고 Y축은 로드된 데이터 세트의 주입 번호입니다. 버블 크기는 피크 면적을 나타냅니다.

그림 3에서 볼 수 있듯이 모든 주입에 걸쳐 크로마토그램의 지문을 비교함으로써 몇 초 내에 추가 피크(녹색 상자), 누락된 피크(빨간색 상자) 및 올바르게 식별되지 않은 피크(파란색 상자)를 매우 쉽게 찾아낼 수 있습니다. 수천 개의 피크가 있는 데이터 세트의 경우에도 “구멍”과 패턴을 찾기가 쉽습니다.

그림 4에서 볼 수 있듯이 농도 대 머무름 시간을 기준으로 버블 차트 결과를 표시하면 특정 화합물에 대한 검출기의 반응을 시각화하고 비교하기가 매우 쉽습니다. 이 예에서 전자 포획 검출기(ECD)는 3.5분 부근의 화합물을 검출했지만 질소 인 검출기(NPD)는 검출하지 못했습니다. 이것은 두 검출기의 선택성을 보여주며 분석에 두 검출기가 모두 필요하다는 사실을 나타냅니다.

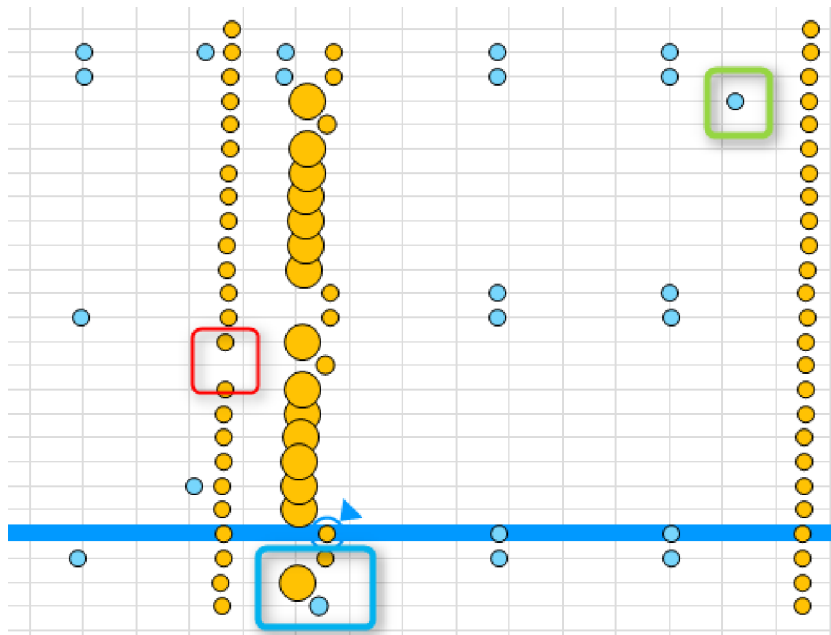


그림 3. Peak Explorer 디스플레이를 통해 추가 피크(녹색 상자), 식별되지 않은 피크(파란색 상자) 및 누락된 피크(빨간색 상자)를 빠르게 찾아낼 수 있습니다.

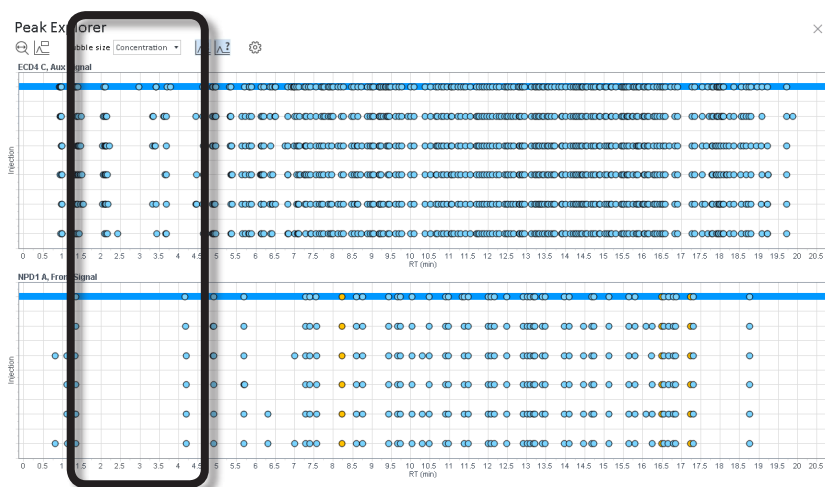


그림 4. Peak Explorer 디스플레이를 통해 검출기 감응을 쉽게 시각화할 수 있습니다. 위: ECD 감응. 아래: NPD 감응.

머무름 시간의 변화 – 펌프 또는 컬럼 문제?

LC 또는 GC 시스템의 안정성은 정확하고 재현성 있는 결과를 얻기 위해 매우 중요합니다. 머무름 시간은 화합물의 크로마토그래피 특성에 대한 기본적인 정성 측정이며 머무름 시간 안정성은 시스템 상태를 알아볼 수 있는 중요한 척도입니다. 컬럼 트리밍과 같은 일상적인 유지보수 절차로 인해 머무름 시간의 변화가 발생합니다. 중복 분석법을 실행하는 다중 기기 실험실에서는 겉보기에 조건이 동일하더라도 각 기기의 머무름 시간이 서로 다릅니다. 머무름 시간의 차이는 또한 기기 사이에서, 그리고 시간 경과에 따른 데이터 비교를 복잡하게 만듭니다.

머무름 시간 재현성을 확인할 수 있는 방법에는 여러 가지가 있습니다. 그 중 한 가지는 일단의 주입에 걸쳐 화합물의 머무름 시간에 대한 상대 표준 편차 (RSD)를 계산하는 것입니다. 또는 그림 5와 같이 오버레이 크로마토그램을 시각적으로 비교할 수 있습니다.

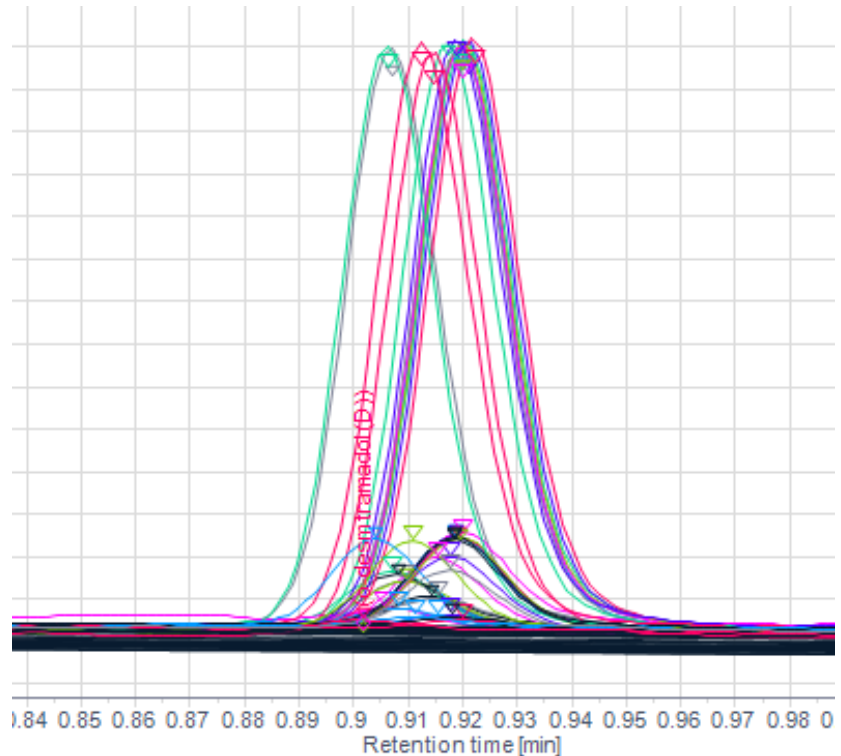


그림 5. 머무름 시간 재현성은 크로마토그래피 오버레이를 사용하여 시각적으로 검토할 수 있습니다.

두 가지 방법 모두 시스템의 안정성을 나타낼 수 있지만 불안정성의 원인에 대한 단서를 제공하지는 못합니다. 불안정한 LC 머무름 시간은 펌프 내의 공기, 용매 혼합 문제 및 컬럼 상태로 인해 발생할 수 있습니다. Peak Explorer는 머무름 시간 안정성에 대한 고유한 보기를 제공하여 사용자가 불안정성의 원인을 더 빨리 식별할 수 있게 해줍니다.

그림 6에서 볼 수 있듯이 일련의 주입에서 화합물이 점점 더 일찍 용출되는 것으로 보입니다. 특정 피크를 확대해 보면 화합물의 머무름 시간이 불안정하다는 것이 분명하게 드러납니다. 조기 용출은 컬럼 또는 용매 혼합에 문제가 있음을 나타냅니다. 펌프 내에 공기가 포획되어 있으면 일반적으로 조기 또는 지연 용출에 대한 트렌드 없이 불안정한 머무름 시간이 발생합니다. 피크 오버레이 또는 RSD 계산을 사용할 때는 이러한 트렌드를 간과하기가 쉽습니다. 컬럼 및 용매 혼합을 수정하는 데 초점을 맞추면 문제 해결이 빨라져 크로마토그래피 시스템을 다시 신속하게 가동시켜 시료를 정상 처리할 수 있습니다.

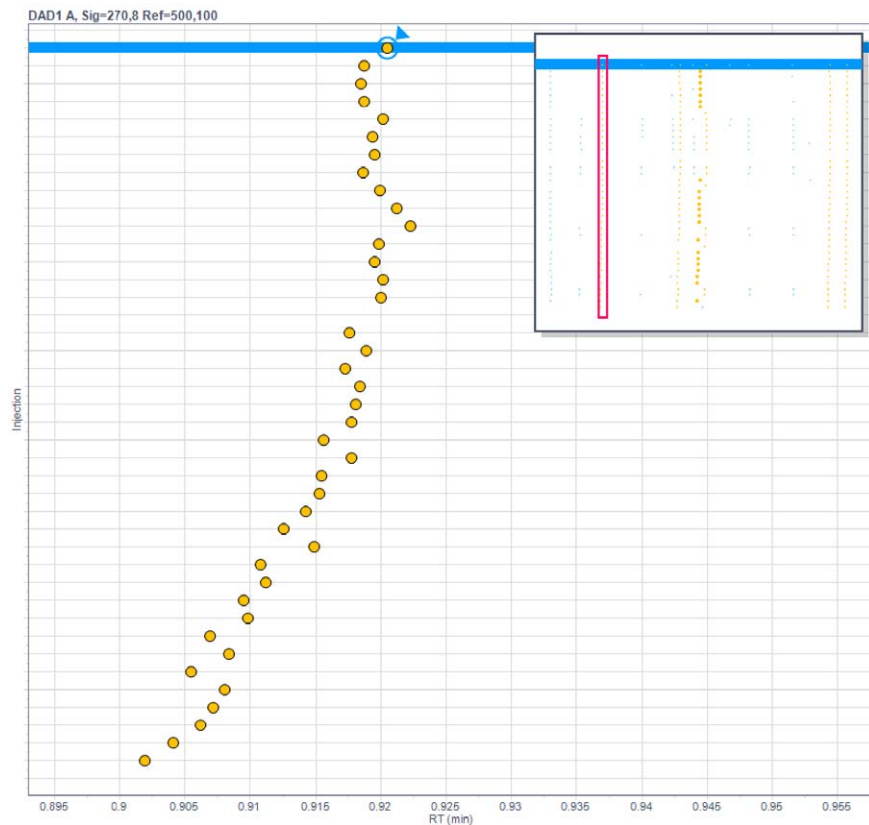


그림 6. 단일 화합물 피크를 확대하면 일련의 실행에서 머무름 시간의 변화가 명확히 드러납니다.

빠르고 쉽게 정확한 피크 적분 보장

모든 피크가 올바르게 적분되는지 확인하는 일은 지루한 데이터 검토 작업입니다. “올바르게 적분된”이라는 말은 일반적으로, 표준 분석법에서 규정된 대로 피크가 적분되었음을 의미합니다. 또한 사용자는 노이즈나 드리프트로 인해 주입 사이에 베이스라인이 변하더라도 피크가 일관되게 적분되기를 원합니다. Peak Explorer가 없으면 시간이 많이 걸리는 수동 프로세스를 통해 적분을 확인해야 합니다.

Peak Explorer는 이러한 수작업을 없애줍니다. 그림 7에 나타난 예에서 버블 크기를 정의하는 값은 먼저 기본 너비로 설정되므로 표시되는 모든 주입에서 피크의 베이스라인 할당이 동일한지 여부를 쉽게 확인할 수 있습니다. 이상치 중 하나를 선택하면 소프트웨어가 “피크 상세”(그림 8)에 확대된 피크를 자동으로 표시합니다. 적분 문제는 처리 분석법에서 적분 파라미터를 변경하거나 수동 적분 도구로 베이스라인을 보정하여 쉽게 해결할 수 있습니다.

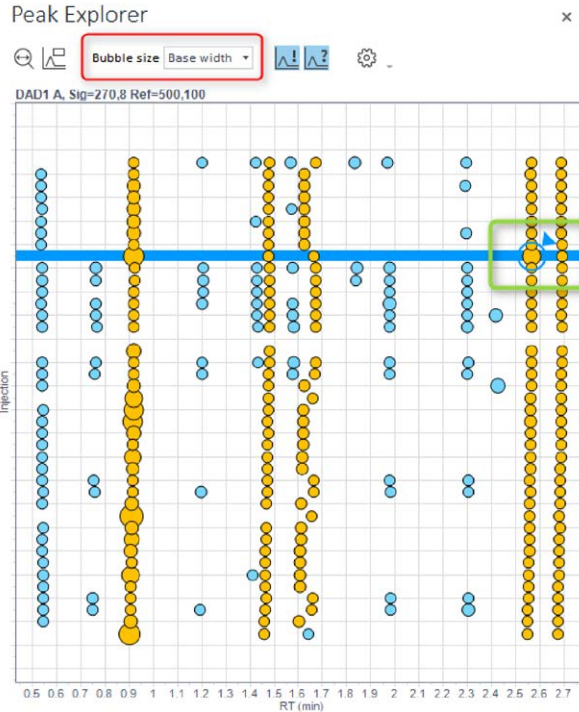


그림 7. Peak Explorer를 사용하면 잘못 적분된 피크를 빠르게 찾아낼 수 있습니다. 버블 크기는 피크 기본 너비(빨간색 상자)를 반영하도록 설정됩니다. 추가 검토가 필요한 이상치(녹색 상자)를 선택할 수 있습니다.

피크 상세

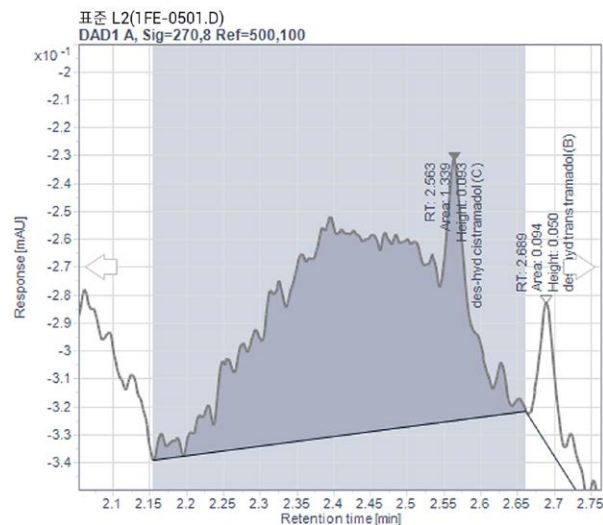


그림 8. “피크 상세” 창에는 선택한 이상치의 적분이 표시됩니다. 앞으로 또는 뒤로 화살표를 사용하여 다음 또는 이전 피크를 비교 검토할 수 있습니다.

분석법 최적화 데이터의 신속한 검토

크로마토그래피 최적화를 위해서는 수백 회의 주입이 필요할 수 있으며, 이 과정에서 많은 양의 데이터가 생성됩니다. LC Method Scouting Wizard(OpenLAB CDS ChemStation Edition의 추가 기능)와 함께 사용되는 Peak Explorer를 이용하면 가능한 짧은 실행 시간 내에 화합물을 최적으로 분리하기 위한 최적의 용매, pH 및 컬럼을 쉽게 찾을 수 있습니다. 그림 9에 나타난 바와 같이 Peak Explorer는 분리를 개괄적으로 보여줍니다. 특정 주입의 피크를 선택하면 LC Method Scouting Wizard의 설정 내용에 따라 “시료 정보” 창(그림 10 참조)에 수집 조건이 표시됩니다. 매우 큰 버블은 큰 피크 면적을 나타냅니다. 분석법 최적화 실험의 결과는 OpenLAB CDS의 사전 정의된 보고서 템플릿을 사용하여 요약할 수 있습니다.

결론

OpenLAB CDS에서 제공하는 모든 기능과 결합된 Peak Explorer는 다수의 복잡한 시료를 처리하는 실험실의 시료 처리량을 높이도록 설계되었습니다. Peak Explorer는 복잡한 데이터 세트의 검토 효율성을 개선시켜 줍니다. 크로마토그래피 데이터와 결과를 단일 보기로 제공하므로 사용자가 아티팩트, 이상치 및 패턴을 쉽고 빠르게 감지할 수 있습니다. 이상이 발견되면 Peak Explorer에서 사용자가 데이터를 심층적으로 조사하여 문제의 원인을 파악하고 신속하게 수정할 수 있습니다.

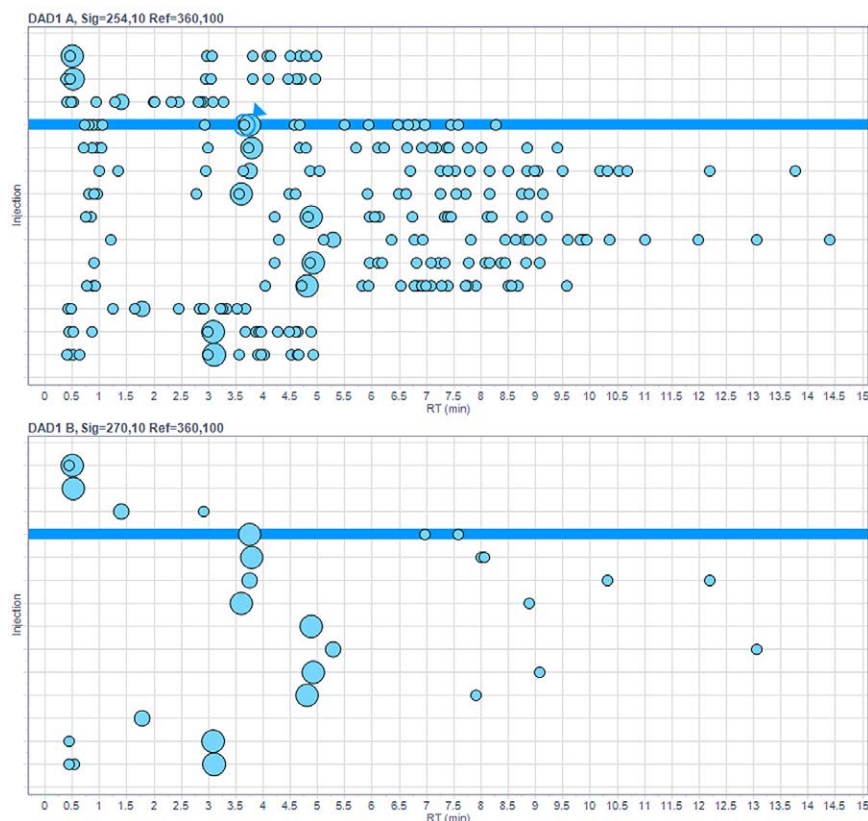


그림 9. LC Method Scouting Wizard와 함께 Peak Explorer를 사용하면 여러 개의 신호를 수집하는 경우에도 최적화 실험을 신속하게 검토할 수 있습니다.

Sample Information

Sequence						
Name	1260METHTERNARY22 2010-08-17 10-34-57					
Description						
Creation date	17-Aug-10 10:38:17					
Created by	a.g.h.					
Modification date						
Modified by						
Sample						
Name	siama					
Description	C=SBAq	S1=A1: water	S2=C1: Methanol	S3=D1: 2procent TFA	G=Gradient 1	T=40.0 °C
Type	Sample					
Level						
Sample amount	0					
Multiplier	1					
Dil. factor	1					

그림 10. 그림 9에 표시된 특정 주입에서 피크를 선택하면 “시료 정보” 창에 수집 조건이 표시됩니다.

www.agilent.com/OpenLAB

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc., 2016
2016년 6월 16일, 한국에서 발행
5991-7058KO

한국애질런트테크놀로지스주
대한민국 서울특별시 서초구 강남대로 369,
A+ 에셋타워 9층, 06621
전화: 82-80-004-5090 (고객지원센터)
팩스: 82-2-3452-2451
이메일: korea-inquiry_lsca@agilent.com



Agilent Technologies